

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

L1 ANSWER 1 OF 1 JAPIO COPYRIGHT 2002 JPO
ACCESSION NUMBER: 1988-075082 JAPIO
TITLE: AEROSOL TYPE WATER AND OIL REPELLENT COMPOSITION
INVENTOR: AMIMOTO YOSHIO; AOYAMA HIROICHI; OKAMOTO SUMIKO
PATENT ASSIGNEE(S): DAIKIN IND LTD
PATENT INFORMATION:

APPLICATION INFORMATION

ABSTRACT:

CONSTITUTION: A composition obtained by blending (A) a homopolymer or copolymer of a polymerizable compound having perfluoroalkyl group or perfluoroakenyl group and (meth)acrylic acid group, e.g.

CF<SB>3</SB>(CF<SB>2</SB><SB>3</SB>CH<SB>2</SB>CH<SB>2</SB>
OCOCH=CH<SB>2</SB>, 2-ethylhexyl methacrylate, etc., with (B) a silicone
which is a silicone oil, silicone varnish or a blend thereof, (C) a
solvent capable of dissolving the polymer (A), e.g. methylchloroform,
etc., and (D) a propellant. The blending weight ratio of the components
(A) to (B) is preferably 30:70~95:5.

COPYRIGHT: (C) 1988, JPO&Japio

THIS PAGE BLANK (8910)

⑬ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-75082

⑨ Int. Cl. *	識別記号	庁内整理番号	⑬ 公開 昭和63年(1988)4月5日
C 09 K 3/18	1 0 4	6958-4H	
C 08 L 33/16	L J E	7167-4J	
C 09 K 3/18	1 0 2	6958-4H	
		6958-4H	
D 06 M 3/30		6768-4L	
15/277		6768-4L	
15/643			審査請求 有 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 エアゾル型撥水撥油剤組成物

⑮ 特 願 昭61-221202

⑯ 出 願 昭61(1986)9月18日

⑰ 発 明 者	網 本 吉 雄	大阪府高槻市大蔵司2-15-9
⑱ 発 明 者	青 山 博 一	大阪府高槻市如是町28-1-707
⑲ 発 明 者	岡 本 澄 子	大阪府豊中市千里園3-3-50
⑳ 出 願 人	ダイキン工業株式会社	大阪府大阪市北区中崎西2丁目4番12号 梅田センタービル
㉑ 代 理 人	弁理士 青 山 葆	外2名

明 細 書

1. 発明の名称

エアゾル型撥水撥油剤組成物

2. 特許請求の範囲

1. (A) パーフルオロアルキル基もしくはパーフルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基を有する重合性化合物の少なくとも1種のホモ重合体もしくは共重合体または前記重合性化合物の少なくとも1種と共重合可能な重合性化合物との共重合体、

(B) シリコーン油、シリコーンワニスまたはそれらの混合物であるシリコーン

(C) 重合体(A)を溶解する溶剤、および

(D) 噴射剤

を配合して成るエアゾル型撥水撥油剤組成物。

2. 重合体(A)とシリコーン(B)との重量比が30:70~95:5である特許請求の範囲第1項記載の撥水撥油剤組成物。

3. 重合体(A)とシリコーン(B)の合計重量が重合体(A)とシリコーン(B)と溶剤(C)の合計重

量に対して0.2~2.0重量%である特許請求の範囲第1項または第2項に記載の撥水撥油剤組成物。

4. 噴射剤(D)の重量が重合体(A)とシリコーン(B)と溶剤(C)の合計重量に対して1/4~2倍である特許請求の範囲第1~3項のいずれかに記載の撥水撥油剤組成物。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、パーフルオロアルキル基もしくはパーフルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基を有する重合性化合物の重合体を成分とする、各種の繊維に撥水撥油性を付与するエアゾル型撥水撥油剤組成物に関する。

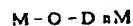
[従来技術]

パーフルオロアルキル基もしくはパーフルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基を有する重合性化合物の重合体が繊維織物の撥水撥油剤として有用であることは知られており、エアゾル配合により簡単に繊維織物に適用

ルまたはビニリデン化合物類、(5)ヘプタン酸ア
リル、カプリル酸アリル、カブロン酸アリル等の
脂肪族のアリルエステル類、(6)ビニルメチルケ
トン、ビニルエチルケトン等のビニルアルキルケ
トン類、(7)N-メチルアクリルアミド、N-メ
チロールメタクリルアミド等のアクリルアミド類、
(8)2,3-ジクロロ-1,3-ブタジエン、イソ
ブレン等のジエン類、および(9)ジメタクリル酸
エチレン等のアルキレングリコールまたはポリア
ルキレングリコールのアクリル酸またはメタクリ
ル酸エステルなどを例示できる。

シリコーン(B)として、シリコーン油、シリコ
ーンワニスまたはこれら混合物を用いる。

シリコーン油は、最も一般的には、式：



[但し、Mは $(CH_3)_3Si-$ 、Dは $-(CH_2)_nSi-$ 、 n は0~8の整数である。]

で示されるメチルシリコーン油であって、粘度が
25℃において0.65~100000cs(センチ
ストークス)である。メチルシリコーン油には、ご

であり、 n は平均0.1~6(ここで有機基 $R(CH_3$ 、
 C_6H_5 および $CH_2=CH)$ とSiとの平均モル比
 R/Si が1.3~1.9である。)であり、通常、
メチル基とフェニル基の平均モル比 Me/Ph が
0.5以上である。]で示される繰り返し単位を有
する。本発明では、以上に挙げたものに限らず、
使用することができる。

尚、シリコーンワニスを製造するには、2つの
官能基を持ったジクロルシラン、例えば、ジメチ
ルジクロルシラン、メチルフェニルジクロルシラ
ン、メチルビニルジクロルシラン、ジフェニルジ
クロルシランなどと、3つの官能基を持ったトリ
クロルシラン、例えばメチルトリクロルシラン、
フェニルトリクロルシラン、ビニルトリクロルシ
ランなどを適当な割合で混合し、それを共加水分
解した後、加熱によって縮合して得られる初期の
低重合体を溶剤に溶解する。

シリコーン油およびシリコーンワニスには市販
品、例えば、トーレスシリコーンSH710および
SD8000(トーレスシリコーン(株)製)(粘度

少量の $-(CH_3)_3Si-O-$ を含むものもある。

$$\begin{array}{c} | \\ O- \end{array}$$

このほか、 $-(CH_3)_3SiO-$ に代えて
 $-(CH_3)_3SiO-$ 、 $-H(CH_3)_3SiHO-$ 、
 $-(CH_3)_2(C_6H_5)SiO-$ 、 $-(C_6H_5)_3SiO-$
 と $-(CH_3)_3SiO-$ との混合したものまたはこ
 れらのメチル基やフェニル基を塩素化したものを
 構造単位として有するシリコーンが代表的なシリ
 コーン油である。本発明では、以上に挙げたもの
 に限らず、使用することができる。

シリコーンワニスは、重合初期状態にあるシリ
コーン樹脂を溶剤に溶解したもので、加熱すると
縮合を起こして三次元網状構造の皮膜を形成する
ものである。シリコーン樹脂は式： DT_n

[但し、Dは $-(CH_3)_3SiO-$ 、 $-(CH_3)_2(C_6H_5)SiO-$ 、
 $-(CH_3)(C_6H_5)(CH_2=CH)SiO-$ 、
 $-(C_6H_5)_3SiO-$ であり、Tは $-(CH_3)_3SiO-$ 、

$$\begin{array}{c} | \\ O- \end{array}$$

 $-(CH_3)_2(C_6H_5)SiO-$ または $-(CH_2=CH)SiO-$ 、

$$\begin{array}{c} | \\ O- \end{array}$$

SH710:500cps、SD8000:50%
ミネラルターベン溶液で5cps)などを使用するの
が好都合である。

共重合体(A)とシリコーン(B)との重量比は
30:70~95:5であることが好ましい。

溶剤(C)は、重合体(A)を溶解する溶剤である
が、代表的なものとしては、炭化水素、例えばヘ
キサン、石油ターベン、含ハロゲン炭化水素、例
えばメチルクロロホルム、ハロゲン化水素、例え
ばトリクロロトリフルオロエタン、トリクロロエ
チレンおよびテトラクロロエチレンなどが挙げら
れる。

溶剤(C)の量は、重合体(A)とシリコーン(B)
の合計重量が重合体(A)とシリコーン(B)と溶剤
(C)の合計重量に対して0.2~2.0重量%にな
る量であることが好ましい。

噴射剤(D)の代表的な例としては、トリクロロ
フルオロメタン、ジクロロジフルオロメタンおよ
びクロロジフルオロエタンなどが挙げられる。

噴射剤(D)の重量は重合体(A)とシリコーン

(B)と溶剤(C)の合計重量に対して1/4~2倍であることが好ましい。

本発明の撥水撥油組成物には、他の成分、例えばシリコンワニスの硬化剤などを必要に応じて加えることができる。

本発明の撥水撥油組成物を製造するには、例えば、重合体(A)を溶剤(C)により溶解した後、シリコン(B)を混合し、次いで噴射剤(D)を混合すればよい。

本発明の撥水撥油組成物を吹き付けにより適用する適当な基体は、天然および合成繊維ならびに皮革などである。

[発明の効果]

本発明のエアゾル型撥水撥油剤組成物においては、これにより処理された基体に白化が生じず、優れた撥水性が得られる。

[実施例]

以下に実施例および比較例を示し、本発明を更に詳しく説明する。

撥水性は、JIS L-1005のスプレー法に
の混合物に、噴射剤ジクロロジフルオロメタン(ダイフロン12、ダイキン(株)製)30重量部を加えて混合し、エアゾル型撥水撥油剤組成物を調製した。この組成物を、ナイロンの黒布に吹き付けたが、白化は生じなかった。また、ポリエステル/綿混紡布での撥水性を測定したが、結果を第2表に示す。

実施例2~8

第2表に示すような種類および量の重合体、シリコンおよび溶剤を用い、ジクロロジフルオロメタン30重量部を加え、エアゾル型撥水撥油剤組成物を調製した。撥水性および白化の結果を第2表に示す。尚、シリコン油には実施例1と同様のもの、シリコンワニスにはトーレシリコンSD8000を用いた。

比較例1

実施例2と同様の重合体の0.4%メチルクロホルム溶液100重量部にジクロロジフルオロメタン30重量部を加えてエアゾル型撥水撥油剤組成物を調製した。撥水性および白化の結果を第

よる撥水性Noとして表した。撥水性の評価基準を第1表に示す。

第1表

撥水性No	状 態
100	表面に付着湿潤がない
90	表面にわずかに付着湿潤を示す
80	表面に部分的湿潤を示す
70	表面に湿潤を示す
50	表面全体に湿潤を示す
0	表裏面が完全に湿潤を示す

実施例1

含フッ素モノマー $CF_2(CF_2)_nCH_2CH_2O-COCH=CH_2$ [$n=3$ のもの55重量%と $n=4$ のもの28重量%と $n=5$ のもの11重量%と $n=6$ のもの4重量%と $n=7$ のもの1重量%の混合物](以下、モノマーaと略す。)と2-エチルヘキシルメタクリレート(以下、モノマーbと略す。)の共重合体の0.4重量%メチルクロホルム溶液70重量部とシリコン油(トーレシリコンSH700、東レ(株)製)の0.4重量%メチルクロホルム溶液30重量部

2表に示す。

比較例2

第2表に示す重合体を用いる以外は、比較例1を繰り返した。撥水性および白化の結果を第2表に示す。

第 2 表

	重合体 (A)		シリコン (B)		(A):(B) (重量部)	溶 剤	吹き付け量 (g/1000cm ²)	撥水性	白化
	種 類	重量比	種 類	重量比					
実施例 1	モノマー-a	6	シリコン油	-	70:30	メチルクロロホルム	10	90	なし
	2-エチルヘキシルメタクリレート	4							
実施例 2	モノマー-a	6	シリコンワニス	-	70:30	メチルクロロホルム	10	100	なし
	2-エチルヘキシルメタクリレート グリシジルメタクリレート	3 1							
実施例 3	モノマー-a	5	シリコン油	-	70:30	ミネラルターベン	10	80	なし
	ステアシルメタクリレート	5							
実施例 4	モノマー-a	6	シリコンワニス	-	80:20	ミネラルターベン	10	90	なし
	ステアシルアクリレート モノマー-b 1)	3.5 0.5							
実施例 5	モノマー-a	7	シリコン油	2	50:50	メチルクロロホルム	5	90	なし
	シクロヘキシルメタクリレート	3							
実施例 6	モノマー-a	6	シリコンワニス	-	60:40	メチルクロロホルム	10	100	なし
	2-エチルヘキシルメタクリレート N-メチロールアクリルアミド	3.5 0.5							
実施例 7	モノマー-a	7	シリコン油	-	60:40	メチルクロロホルム	10	90	なし
	グリシジルメタクリレート	3							
実施例 8	モノマー-a	6	シリコン油	1	50:50	メチルクロロホルム	5	90	なし
	ステアシルアクリレート モノマー-c 2)	3 1							
比較例 1	モノマー-a	6	—	-	100:0	メチルクロロホルム	10	80	あり
	2-エチルヘキシルメタクリレート グリシジルメタクリレート	3 1							
比較例 2	モノマー-a	6	—	-	100:0	メチルクロロホルム	10	80	あり
	ステアシルメタクリレート モノマー-b	3.5 0.5							

注 1)モノマー-b: $\text{CH}_2=\underset{\text{CH}_3}{\text{C}}\text{COO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CO}\underset{\text{CH}_3}{\text{C}}=\text{CH}_2$ [n=平均2.3]

2)モノマー-c: $\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CO}\underset{\text{CH}_3}{\text{C}}=\text{CH}_2$ [n=平均9]

THIS PAGE BLANK (USPTO)